

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-154835

(43)Date of publication of application : 22.06.1993

(51)Int.Cl.

B29B 7/48  
B29B 7/72  
B29B 7/88  
// B29K 21:00  
B29K105:06

(21)Application number : 04-126702

(71)Applicant : GOODYEAR TIRE & RUBBER CO:THE

(22)Date of filing : 21.04.1992

(72)Inventor : HANDA PAWAN K  
LANSINGER COLLEEN M  
PARAMESWARAN VETKAV R  
SCHORR GORDON R

(30)Priority

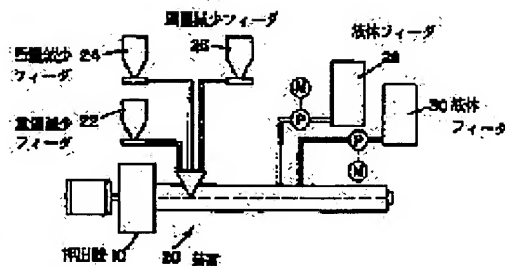
Priority number : 91 694263 Priority date : 29.04.1991 Priority country : US

## (54) CONTINUOUS MIXING OF ELASTOMERIC COMPOUND

(57)Abstract:

PURPOSE: To keep elastomer viscosity optimal by mixing elastomer components with a twin screw extruder at controlled temperatures and mixing elastomer and specific compound through a loss-in-weight feeder and liquid feeder.

CONSTITUTION: A sharing twin-screw extruder 10 mixes elastomer. At this instance, most of the thermal input generated from the screws is made by viscous friction of the mixing operation. The temperature control is carried out by heating and cooling. Elastomer is not molten in the extruder 10, and it has high viscosity and low fluidity. As the mixing ratio of specific compound is determined on the basis of viscosity, the component is fed to the fixed quantity extruder 10 by loss-in-weight feeders 22, 24, 26 and liquid feeders 28, 30. Temperature, feeding quantity, and screw speed are controlled during the operation so that the specific compound may be correctly dispersed and mixed. Accordingly, viscosity is made optimal, and dispersion and mixing are precisely controlled.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

## JP5154835

Publication Title:

Continuous mixing of elastomeric compounds.

Abstract:

A method of making an elastomer masterbatch or a compounded productive elastomer stock is provided. An apparatus (20), including a twin screw extruder (10) is used to mix elastomer components in multiple mixing zones at controlled temperatures. Elastomer and other ingredients are fed into the twin screw extruder continuously through precise loss-in-weight or volumetric feeders (22, 24, 26). The degradation temperature and/or cross linking temperature of the elastomer determines the rate at which the elastomer can be processed, since friction created during mixing heats the elastomer. Accordingly, the maximum rate of compounding is a function of the torque limit, cooling efficiency, and conveying capacity of the extruder. The conveying capacity and torque limit are al

2af

so a function of the size of the extruder. The viscosity of the elastomer compound in the extruder, as measured by a Mooney viscosimeter (ASTM D1646), is typically in the range of about 20 to 250 units (ML(1+4)100C).

-----

Data supplied from the esp@cenet database - <http://ep.espacenet.com>

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-154835

(43) 公開日 平成5年(1993)6月22日

| (51) Int.Cl. <sup>5</sup> | 識別記号   | 庁内整理番号  | F I | 技術表示箇所 |
|---------------------------|--------|---------|-----|--------|
| B 2 9 B                   | 7/48   | 7722-4F |     |        |
|                           | 7/72   | 7722-4F |     |        |
|                           | 7/88   | 7722-4F |     |        |
| // B 2 9 K                | 21:00  |         |     |        |
|                           | 105:06 |         |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数20(全 14 頁)

(21) 出願番号 特願平4-126702

(22) 出願日 平成4年(1992)4月21日

(31) 優先権主張番号 694, 263

(32) 優先日 1991年4月29日

(33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 590002976

ザ・グッドイヤー・タイヤ・アンド・ラバ  
ー・カンパニー

THE GOODYEAR TIRE &  
RUBBER COMPANY

アメリカ合衆国オハイオ州44316-0001,  
アクロン, イースト・マーケット・ストリ  
ート 1144

(72) 発明者 バワン クマール ハンダ

アメリカ合衆国 44313 オハイオ州 ア  
クロン ニューキャッスル ドライヴ  
762

(74) 代理人 弁理士 若林 忠

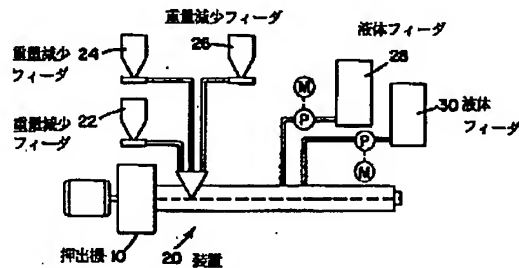
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 エラストマー系コンパウンドの連続混合方法

(57) 【要約】

【目的】 連続工程でゴムを配合する方法であって、添加された成分の分散を改善した配合方法を提供する。

【構成】 多重混合区域において、制御された温度でエラストマー成分を混合するのに2連スクリーウ押出機を使用する。精密重量減少または容積型フィーダを通して、エラストマーおよび他の成分が押出機に送られる。混合中に生ずる摩擦がエラストマーを加熱するのでエラストマーの劣化温度または架橋温度が処理量を決定する。したがってコンパウンドの最大量は、押出機のトルク限界値、冷却効率および運搬容量により決まる。ムーニー粘度計 (ASTM-D-1646) で測定された、機内のエラストマー系コンパウンドの粘度は、代表的値として約20ないし250ユニット (ML (1+4) 100℃) の範囲にある。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 エラストマー系コンパウンドの連続混合方法であって、

- a) 1対のスクリューを含むハウジングと、送り口および排出口を含むハウジングとを有する2連のスクリュー押出機を提供し、
- b) エラストマー系コンパウンドの粘度、押出機のサイズ、スクリュー輪郭、押出機のトルク限界値と運転速度、およびエラストマーの劣化温度によって決定される、押出機の温度に基づく所要の送り率を決定し、
- c) 送り口を通して押出機内へ、制御された態様で連続的にエラストマーを送り、
- d) 1個、あるいは複数の送り口を通して押出機内へ、制御された態様で少なくとも1つの充填材、添加油および/または他のエラストマーを送り、
- e) 工程(d)の成分をハウジングに添加しながら、前記スクリューを用いて前記成分を前記エラストマーと混合して、混合物を提供し、
- f) 前記スクリューの長手に沿って、前記混合物の圧力を制御し、
- g) 混合中、前記混合物をムーニー粘度ASTM-D-1646 (ML (1+4) 100C) の20ないし250ユニットに保ち、
- h) 前記混合物を押出機の排出口から排出する、各工程を含む前記エラストマー系コンパウンドの連続混合方法。

【請求項2】 前記混合物の混合がさらに、スクリューの長手に沿って剪断混合を変える工程を含む、請求項1記載のエラストマー系コンパウンドの連続混合方法。

【請求項3】 低高両剪断レベルを用いて混合物を混合する工程をさらに含む、請求項2記載のエラストマー系コンパウンドの連続混合方法。

【請求項4】 工程(c)、(d)の成分および混合物の運搬を行う要素を提供すること；工程(c)、(d)の要素の低剪断転位を行うように分配性混合ギヤ要素を提供すること；工程(c)、(d)の要素の高剪断分解を行うように分散性要素を提供すること；および混合物の温度と圧力を上げ下げする要素を提供すること：により、スクリューを組立てる工程をさらに含む、請求項1記載のエラストマー系コンパウンドの連続混合方法。

【請求項5】 前記スクリュー押出機に、共転または反転2連スクリューが設けられる、請求項1記載のエラストマー系コンパウンドの連続混合方法。

【請求項6】 前記2連スクリュー押出機に、共転して噛合う平行スクリューが設けられる、請求項5記載のエラストマー系コンパウンドの連続方法。

【請求項7】 前記2連スクリュー押出機への成分送り率、前記スクリューの回転速度、および混合物の温度と圧力を調節するためにコンピュータ制御装置を提供する工程をさらに含む、請求項1記載のエラストマー系コン

パウンドの連続方法。

【請求項8】 前記混合物を監視するために前記ハウジング内に非破壊評価(NDE)センサーを設け、前記コンピュータ制御装置が前記混合物の状態の変化に瞬時的に応答することができるように前記NDEセンサーを前記コンピュータ制御装置に接続する工程をさらに含む、請求項7記載のエラストマー系コンパウンドの連続混合方法。

【請求項9】 前記成分を前記2連スクリュー押出機に送り込む前に、該成分を事前混合する工程をさらに含む、請求項1記載のエラストマー系コンパウンドの連続混合方法。

【請求項10】 L(長さ)対D(直径)の比が5ないし50である平行スクリューを提供する工程をさらに含む、請求項1記載のエラストマー系コンパウンドの連続混合方法。

【請求項11】 エラストマーの連続混合方法であって：

- a) 1対のスクリューを含む、バレルハウジングと、送り口および排出口を含むハウジングを有する2連スクリュー押出機を提供し、
- b) 前記ハウジング内に混合区域を提供するように前記スクリューを組立て、
- c) 送り口を通して前記押出機内へ、制御された態様で連続的にエラストマーを送り、
- d) 送り口を通して該押出機内へ、制御された態様で少なくとも1つの充填材、添加剤、油またはもう1つのエラストマーを送り、
- e) 工程(d)の成分を添加しながら、該成分をゴムと混合して、混合物を提供し、
- f) 混合される成分に応じて混合が変わるように、各混合区域内の混合物の混合を制御し、
- g) 混合中、前記混合物をムーニー粘度ASTM-D-1646 (ML (1+4) 100C) の20ないし250ユニットに保ち、
- h) 押出機の排出口から混合物を排出する、各工程を含む、前記エラストマーの連続混合方法。

【請求項12】 10ないし80%の高剪断混合要素と、10ないし80%の分配性混合要素と、10ないし80%の軸線方向輸送要素とを有するように平行スクリューを組立てる工程をさらに含む、請求項11記載のエラストマーの連続混合方法。

【請求項13】 全体で35ないし50%の練り機、混合ギヤおよび螺旋スクリューを有するように平行スクリューを組立てる工程をさらに含む、請求項11記載のエラストマーの連続混合方法。

【請求項14】 2連スクリュー押出機内の混合パラメータを制御することにより、エラストマー系コンパウンドの特性を制御する方法であって、

- a) 1対のスクリューを含むハウジングと、送り口およ

び排出口を含むハウジングとを有する2連スクリー押出機を提供し、

b) エラストマー系コンパウンドの粘度、押出機のサイズ、スクリー輪郭、押出機のトルク限界と運転速度、およびエラストマーの劣化温度によって決定される、押出機の温度に基づく所要の送り割合を決定し、

c) 送り口を通して押出機内へ、制御された態様で連続的にエラストマーを送り、

d) 1個あるいは複数の送り口を通して押出機内へ、制御された態様で、少なくとも1つの充填材、添加油、および/またはもう1つのエラストマーを送り、

e) 工程(d)の成分をハウジングに添加しながら、前記スクリーを用いて前記成分を前記エラストマーと混合して、混合物を提供し、

f) 前記スクリーの長手に沿って前記混合物の圧力を制御し、

g) 各成分に使用される送り口とコンパウンド混合に使用されるスクリー輪郭とを選択することにより、またコンパウンドを混合するときの速度と温度とを制御することにより、生産されるコンパウンドの特定の特性を最適化し、

h) 混合中、前記混合物をムーニー粘度ASTM-D-1646 (ML (1+4) 100℃) の20ないし250ユニットに保ち、

i) 押出機の排出口から混合物を排出する、各工程を含む、前記エラストマー系コンパウンドの特性制御方法。

【請求項15】 混合物の混合は、スクリーの長手に沿って剪断混合を変化させる工程をさらに含む、請求項14記載のエラストマー系コンパウンドの特性制御方法。

【請求項16】 低高両剪断レベルを用いて、混合物を混合する工程をさらに含む、請求項15記載のエラストマー系コンパウンドの特性制御方法。

【請求項17】 工程(c)、(d)の成分および混合物の運搬を行うための要素を提供すること；工程(c)、(d)の要素の低剪断転位を行うように、分配性混合ギヤ要素を提供すること；工程(c)、(d)の要素の高剪断分解を行うように分散性要素を提供すること、および混合物の温度と圧力を上げ下げする要素を提供すること；により、スクリーを組立てる工程をさらに含む、請求項14記載のエラストマー系コンパウンドの特性制御方法。

【請求項18】 L対Dの比が5ないし50である平行スクリーを提供する工程をさらに含む、請求項14記載のエラストマー系コンパウンドの特性制御方法。

【請求項19】 10ないし80%の高剪断混合要素と、10ないし80%の分配性混合要素と、10ないし80%の軸線方向輸送要素とを有するように、平行スクリーを組立てる工程をさらに含む、請求項15記載のエラストマー系コンパウンドの特性制御方法。

【請求項20】 全体で35ないし50%の練り機、混合ギヤおよび螺旋スクリーを有するように平行スクリーを組立てる工程をさらに含む、請求項15記載のエラストマー系コンパウンドの特性制御方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明はエラストマー系コンパウンドを連続製造する方法に関する。より詳しく言えば、本発明は押出機を用いてゴムおよびゴム関連コンパウンドを連続的に製造または配合する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】ゴムを配合する主な従来の方法は、ファレル社(Farrel Corp.)の製作になるバンベリーミキサー(Banbury<sup>®</sup> mixer)のような内部ミキサーを用いることである。内部ミキサーは、エラストマー系コンパウンドその他の混合物成分が様々な時点で添加されるバッチ型作業に使用される。

【0003】バンベリー型内部ミキサーは、ちり発生と配合上の問題から、しばしば、少量づつ成分を添加する必要がある。そのため、大抵の場合、作業者が常時、配合区域に居ることが必要となる。またそのようなミキサーは実質的に開放しているので、混合物からのガスがしばしばミキサーの区域の大気中にひろがる。

【0004】内部ミキサーに伴う様々な問題およびある種の混合物の化学的性質のために、場合によっては、混合物の全ての成分を一度に配合することができない。その結果、エラストマーはある成分を配合されてから排出あるいは荷下ろしされ、中間製品として入庫、保管されることがある。中間製品は必要時さらに処理され、補足の成分を添加され、混合されることができる。

【0005】内部ミキサー内の各配合工程は業界では「パス(pass)」として知られる。

【0006】ある混合物は1回のパスだけを必要とするのに対し、他の混合物は4回または5回という多くのパスを従来のミキサーに通す必要があることもある。これは時間がかかり、労力および資本集約的である。その上、従来のバッチ配合装置を用いるとき、作業者はバッチ間の均等性の維持を助ける厳しい品質管理手順を守らなければならない。

【0007】したがって、当業界は、1回だけのパスまたは一連続工程でゴムを製造することのできる工程を開発しようと試みた。そのような試みの一つは、実質的に、ミキサーのローターの下方に配置されるスクリーコンベヤまたは押出機を有する内部ミキサーである機械である。例えばGB 2173441号、GB 2191713号およびGB 1550364号を参照されたい。

【0008】ゴム業界における連続配合の採用の遅れた説明については、1987年3月、ハリー・エルウッド(Harry Ellwood)の欧州ゴム・ジャーナル(European Rubber Journal)「連続開発物語」(A Tale of Conti

inuuous Development) を参照されたい。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】プラスチック混合物、殊に熱可塑性混合物を調製するために、2連スクリュウ押出機がプラスチック業界で広く使用される。プラスチックは温度が上がると粘性が低くなり（従来技術の方法は通常、プラスチックを融点まで上げるために押出機内でプラスチックを加熱することを含む）、処理温度におけるプラスチックのぬれ作用は2連スクリュウ押出機内のプラスチックの加工性を高める。

【0010】エラストマーは代表的に、顕著な融点を示すことがなく、通常の加工温度において非常に粘性が高く、混合作用の摩擦によって生ずる熱のためにキュアまたは劣化のいずれかを受ける傾向がある。プラスチックと同じやり方で2連スクリュウ押出機の中で配合した場合、エラストマーの抵抗と摩擦はコンパウンドを害するであろうし、押出機の損傷さえも生ずることがある。

【0011】本発明の一つの目的は、連続工程でゴムを配合する方法を提供し、添加された成分の分散を改善したゴム配合方法を提供することである。

【0012】本発明の他の目的は、特許請求の範囲と以下の説明から明らかとなるであろう。

【0013】

【課題を解決するための手段】本発明のエラストマー系コンパウンドの連続混合方法は、

- a) 1対のスクリュウを含むハウジングと、送り口および排出口（または通気口）を含むハウジングとを有する2連のスクリュウ押出機を提供し、
- b) エラストマー系コンパウンドの粘度、押出機のサイズ、スクリュウ輪郭、押出機のトルク限界値と運転速度、およびエラストマーの劣化温度によって決定される、押出機の温度に基づく所要の送り率を決定し、
- c) 送り口を通して押出機内へ、制御された態様で連続的にエラストマーを送り、
- d) 1個、あるいは複数の送り口を通して押出機内へ、制御された態様で少なくとも1つの充填材、添加油および/または他のエラストマー、顔料または硬化剤を送り、
- e) 工程(d)の成分をハウジングに添加しながら、スクリュウを用いて成分をエラストマーと混合して、混合物を提供し、
- f) スクリューの長手に沿って、混合物の温度と圧力を制御し、
- g) 混合中、混合物をムーニー粘度ASTM-D-1646 (ML (1+4) 100℃) の20ないし250ユニットに保ち、
- h) 混合物を押出機の排出口から排出する、各工程を含む。

【0014】スクリュウ輪郭内に混合区域を造ることで、より、混合される成分の要求に応じて、該区域内での混

合を変えることができる。

【0015】共転または反転する2連スクリュウの押出機を本方法に用いることができ、本方法はさらに、エラストマーおよび他の成分を定量して押出機に送るために精密容積フィーダーまたは重量減少フィーダーを使用する工程を含むことができる。

【0016】コンピュータシステムとともに回路網を組んだ電算化制御装置および戦略的に配置されたセンサーを用いて、完全自動化された連続処理システムを提供することができる。

【0017】本発明の方法は任意に公知のエラストマーとともに使用することができるであろう。本発明の方法を用いるジエンエラストマーの処理は殊に有利である。

【0018】本方法に使用される押出機はL/D比が、約5ないし70のスクリュウ輪郭を有することが望ましい。押出機内の要素は、スクリュウ輪郭に沿って複数の混合区域および/または高圧区域を形成するように配置することができる。

【0019】共転2連スクリュウ押出機が用いられる望ましい実施例において、押出機は20ないし80%の練り機(Kneader)、ミキサーおよびブリストアを含むことができる。

【0020】

【実施例】図1を参照すると、熱可塑性合成材を混合するのに通常使用される、従来の2連スクリュウ押出機が示されている。

【0021】例えば、熱可塑性合成材を調製するのに40mm押出機が用いられるとき、押出機は熱間（150ないし500℃）で約400rpmで運転され、約300ないし400lb/時（136.4ないし181.8kg/時）の押出材を製造する。

【0022】本発明の、エラストマーを合成する方法において、共転または反転設計の高剪断2連スクリュウ押出機を使用することができる。エラストマーは混合中にキュアまたは劣化する傾向があるので、プラスチックに使用するときよりも低い温度で押出機を運転しなければならない。本発明の方法において、熱入力の大部分が混合の機械的作業の粘性分散（摩擦）によって発生するように押出機が運転される。温度を制御するのに、外部の加熱または冷却を用いることもできる。エラストマーは押出機の中で熔融しないので、高粘度と低流動性が生ずる。

【0023】粘度が、混合中に生ずる摩擦のレベル、したがって特定混合率において達する温度を決定するから、特定のエラストマー系コンパウンドの具体的な混合率は部分的に、エラストマーの粘度に基づいて決められる。混合率はまた、押出機のスクリュウのトルク限界（トルク限界とは混合中にスクリュウが破壊または降伏するときのトルク値を言う）と、押出機の長手に沿う運搬容量（この大きさは部分的に、押出機の運搬要素の数



および性質に依存する)と、によっても制限される。

【0024】適正なスクリー輪郭を用いれば、2連スクリー押出機10は約30ないし400rpmで運転するとき、エラストマー系コンパウンドの緊密な混合を行い、40mm押出機では30ないし1501b/時(13.6ないし68.2kg/時)の押出材を生産することができることが判明した。

【0025】エラストマーおよび他の成分は当業者にとって公知の精密容積フィーダまたは重量減少フィーダを用いて定量されて押出機に送られることができる。材料の温度を制御しつつ、特定コンパウンドにとって正しい輸送の釣合、分布混合および分散混合を与えるスクリー輪郭が確立された。混合運転中、温度、送り量およびスクリー速度が精密に制御される。

【0026】混合される特定のコンパウンドの要求にしたがって、送り率および送り位置を変えることができる。

【0027】押出機内の圧力と同時に温度がスクリー輪郭要素の選択および相互の相対的向きによって制御されることができる。フィーダとして使用される螺旋要素よりも単位長さ当たり巻数が多い(ピッチがより短い)螺旋要素を用いることにより、および/または逆向きフライトを有する螺旋スクリーのような様々な戻し混合要素を用いることにより、または流れ制限器を用いるか、バレルを通る材料の流れを制限する羽根付き混合要素を仕組むか、または両者の組合せにより、押出機の中に多重の高圧区域を作ることができる。

【0028】別の実施例において、2連スクリー押出機は一つの混合区域だけを有することができる。

【0029】反転2連スクリー押出機はスクリーの相互作用のために、螺旋スクリーと絞り装置だけを含むスクリー輪郭を有することが多い。

【0030】本発明の方法に使用されるスクリー輪郭は、L/D比が5ないし70、望ましくは10ないし50、より望ましくは15ないし40である。そのようなスクリー輪郭は、重合体を著しく劣化させることなく、所要の分散レベルを与える。2連スクリー押出機の代表的な構成要素は、練り機(以下ニーダーという)のような高剪断混合要素;有歯要素、ギヤまたはピンのような、材料の再分布を可能にする要素;ピッチとフライト幅を任意に選択した螺旋スクリーのような軸方向混合要素;プリスター、調整式または固定式の絞り装置、あるいはフライト深さがより小さいスクリーフライトのような流れ制御器;および螺旋スクリーのような主として材料の軸方向運動を促進する要素を含むことができる。相互に同じ方向(共転)または反対の方向(反転)にそれぞれの軸線回りに回転する2本以上の軸の上にこれらの要素を配置することができる。スクリー軸は平行、収斂または末広がりであることができる。これらの軸の回転速度は同じであることも、異なること

もできる。各軸上の要素が様々な量だけ噛合うか、または全く噛合わないよう組付けることができるように、スクリー軸を様々な距離に隔置されることができる。バレルの長手に沿う1個所以上で材料を押出機に送ることができる。

【0031】螺旋スクリー要素の各々ならびにニーダーおよびギヤミキサーのブロックは右ねじまたは左ねじのいずれであることもできる。要素の各々(要素が左ねじであろうと、右ねじであろうと問わない)の向きの選択は、戻し混合の度合いならびに/または押出機の長手に沿って要求される圧力勾配および温度/剪断履歴に基づいて決められる。コンパウンドの最終特性はある程度、混合中に受ける剪断(つまり剪断履歴)に左右される。

【0032】分散性ニーダーの設計の変形には、単一カム、二重ローブまたは多重ローブの設計が含まれる。螺旋スクリー要素は、単一、二重または多重フライトを有することができる。ギヤまたは有歯ミキサーの歯の数も変わることができる。図示の実施例において、10個の歯をもつギヤ輪が使用された。ニーダーのカムおよびギヤの歯は、1個のユニットと次のユニットの間で、右回り方向または左回り方向に0°から90°の様々な角度に進んで、食い違ふことができる。例として使用される食い違い角度は、45°および22.5°の右回りおよび左回りを含む。

【0033】2連スクリー押出機の中に流れ制限を与える、もう一つの方法は、戻し圧送要素を用いることである。押出機の全体圧力勾配に対抗する局部圧力勾配を発生する要素を用いるとき、押出機内の戻し圧送作用が生ずる。例えば、過半数の要素が左ねじ螺旋(反時計回り)を有し、戻し流れ要素が右ねじ螺旋(時計回り)を有するならば、押出機内の材料は、戻し流れ要素に対抗して戻し流れ要素を回って漏れでるのに十分な圧力を生ずるに違いない。明らかに、スクリー要素相互間の整合、押出機バレルに対するスクリー要素がサイズが高圧区域を回って材料が漏れ出る状態を制御する。

【0034】共転2連スクリー押出機を使用する実施例において、スクリー輪郭はプラスチック業界において公知のスクリー要素を用いて作られる。代表的スクリー輪郭は、主として押出機バレルを通して合成材成分を輸送するのに使用される多数の螺旋スクリー(図2)、成分の低剪断転位を与える分配性混合ギヤ(図3(a)および(b))、および成分の高剪断微細分散を与える分散性混合要素(ニーダー)(図4)を含む。膨れ(図5(a)および(b))として知られる要素は、局部滞留時間と入力仕事を増すために、特定個所におけるバレル断面積を減ずるのに随意使用されることができる。

【0035】図示の実施例において、スクリー輪郭は複数の混合区域からなると考えることができるが、混合

区域とは類似スクリュ要素を有する、押出機の連続部分と定義される。

【0036】次に図6を参照すると、本発明の装置20は、複数の重量減少フィーダ22, 24, 26および/または液体フィーダ28, 30に接続される2連スクリュ押出機10を含む。様々なフィーダを2連スクリュ押出機の別々の混合区域に接続することができ、2個以上のフィーダが混合要求に応じて、同一の混合区域に送ることもできる。

【0037】当業者は、他の型式のフィーダおよび送りの仕組みを用いることができることを認識するであろう。

【0038】バンベリーミキサーによるエラストマー系コンパウンド調製の特徴はよく説明されているので、バンベリーミキサーにおいてコンパウンドを調製するのに必要な各パスにはほぼ対応して2連スクリュ押出機の混合区域を設定することが本方法の予備的評価として望ましかった。しかし、2連スクリュ押出機のスクリュの独特の相互作用の故に、2連スクリュ押出機においてコンパウンドを調製するのに要する混合区域の数は、バンベリーミキサーにおいて同じコンパウンドを調製するのに要するパスの数に対応する必要はないことを、当業者は認識するであろう。

【0039】図7は、本方法とともに使用することのできるコンピュータ制御システムの説明図である。重合体の微細構造の評価を実時間で記述するために非破壊評価(NDE)センサーを用いることができる。これらのデータおよび在来型の工程変数センサーから得たデータを、操作すべき制御パラメータおよび採られた処置を定量化する工程モデルに関する瞬間的な選択を行う専門システムを含む電算化された決断システムに、伝送することができる。完全なモデルが得られない場合は、回歸経験データを使用することができ、または専門システムは以前に開発された、自分で発見できる教育法を用いた制御システムを操作することができる。NDEセンサーおよび制御戦略は全て相互に関係している。

【0040】重合体、油および充填材(代表的にはカーボンブラック)をコンパウンド調製してマスターバッチを形成させるか、それらに顔料と安定剤パッケージを含ませて、非製品ストックを生産することもできる。同じ段階または以降の段階でキュアパッケージを非製品材に導入して、事前キュアを最少にするのに必要程度に、非製品ストックに使用されるよりも低い仕事と温度(そして混合の厳密さ)の下で製品ストックを生産することができる。

【0041】混合物に添加される成分はそれだけを事前混合することもでき、あるいは順々に(下流の異なる個所において)、または同じ送り口から同時に、添加することができる。

【0042】押出機をでた後、コンパウンド化されたゴ

ムは、ダイ、例えば踏面ダイを通して押し出され、カレンダーを通して、板、帯またはストランドにされ、ペレットにされることができる。補足の2連スクリュ押出機を含む、連続工程に必要な様々な補足装置が緊密に連合して、カスケード型連続工程を提供することができる。

【0043】望ましい実施例において、同一速度で回転する平行軸をもつ2連スクリュ共転押出機が使用される。2本の軸の中心線は、2本の軸上の要素の完全な噛合せをもたらすように位置決めされる。望ましい実施例において、10ないし80%が高剪断混合を提供し、10ないし80%が再分布を提供し、10ないし80%が軸線方向輸送を促すように、要素を選ぶことができる。0ないし25個所に流れ制限器を置くことができる。各型式の要素の比率は押出機の全長に対するパーセントで決めた。このパーセントは例えば、個々の部品等の数として表わすこともできる。要素はさらに、輸送、混合、再分布、軸方向混合および絞りの理想的組合せを生ずるような方法でスクリュ軸上に配置され、または点在することができる。

【0044】重合体を混合するために共転2連スクリュ押出機を用いる場合、スクリュ輪郭が20ないし80%、望ましくは20ないし50%のニーダー、ギヤミキサーおよび軸方向ミキサーを含むときに、適当な分散が得られることが判明した。スクリュ輪郭の残りは、押出機のバレルに沿って合成材を輸送するためのスペーサおよび螺旋スクリュ、ならびに特定個所において流れを制限する要素を随意に含む。

【0045】電熱素子の組により、あるいは軸および/またはバレル自体に設けられた心材を通して、または補足の接触表面内に、加熱および/または冷却流体を循環させることにより、押出機の温度を制御することができる。

【0046】図示の実施例において、完全噛合せ2連スクリュ押出機が使用される。完全噛合せとは、押出機内の2基のスクリュ輪郭が噛合う要素の組を有し、要素の噛合せがあること、を意味する。

【0047】次に図8を参照すると、本発明の方法を役立つスクリュ輪郭の具体的実施例が図示されている。スクリュ輪郭40は、長さ1380mm、直径40mmのスクリュバレル押出機のものである。本明細書で使用するための便宜上、スクリュ押出機要素は以下の記号で説明される。

【0048】

【表1】

|   |                       |
|---|-----------------------|
| D | 駆動端スペーサ               |
| H | 螺旋スクリュ要素              |
| B | プリスター                 |
| E | 送り端において材料の停滞を防止する螺旋要素 |
| S | スペーサ                  |

K 高剪断分散混合（ニーディング）要素

G 有歯分配混合要素

これらの記号の前の数字は、順々に配置されるこれらの要素の個数を表わす。これらの記号の後の数字は、各部品の長さをmmで表わす。

【0049】Lは左ねじ（反時計回り）の進行を表わし、Rは右ねじ（時計回り）の進行を表わす。

【0050】2重は2重フライトを言う。

【0051】スクリュ要素の配置が本発明の実施に大切であること、また、スペースを使用しない適当なスクリュ輪郭を使用し得ること、を当業者は理解するであらう。

【0052】次に図6を参照して、適当な下流での混合を提供すると同時にエラストマーまたは他の成分の劣化を減ずるような方法で、長手に沿う様々な個所において、エラストマーおよび他の成分を押出機10内に添加、すなわち定量することができる。製品は直接に、またはダイ装置を通して押出機から排出されることができる。ダイ装置が使用される場合、ヘッド圧力、押出材形状および押出機温度を調節するために、構造の最も狭い部分のサイズと同時にダイの幾何学形態を制御しなければならない。

【0053】望ましい実施例において、バレル呼称断面積の2ないし80%、望ましくは10ないし50%に相当する面積を有する1個以上のダイ出口から製品を排出することができる。図示の40mm押出機のバレル呼称面積は2513mm<sup>2</sup>である。ダイ出口は、押出材に考えられる用途に応じて、所要の任意の形状をとることができる。

【0054】ある用途において、制限性の少ないダイを用いるか、全くダイを用いないときに、良い結果が得られることが判った。制限性の少ないダイを用いると、機械の終端における背圧が減るので、ある合成物に対する押出機の効率が明らかに高くなり、その合成物は明らかに機械を通して移動するのが容易になる。

【0055】本発明の方法において、エラストマー、例えばSBRが送りホッパー22に添加される。添加の量は重量減少フィーダーによって念入りに制御される。バレル内の温度は約60°ないし500°F（15.6℃ないし260℃）、望ましくは60°ないし400°F（15.6℃ないし204.4℃）に維持される。望むならば、加熱の量は電熱素子を用いて制御することができる。冷却は、循環水によりなされる。製品は、直接に、または連続の押出材が必要なときにはダイを通して押し出すことにより、排出端において収集される。トリメチルキノリン、フェニレンジアミン、フェノチアジンのような安定剤および酸化防止剤、なたびに二酸化シリコン、カーボンブラック、酸化亜鉛のような充填材、ならびに硫黄、ステアリン酸その他カルボキシル酸、4メチルチウラム、ダイサルファイドおよび／またはメルカ

プトベンゾチアゾール・ダイサルファイドのような他の化学薬品を適切な送りホッパーに送り込むことができる。押出機内に油およびワックス（代表的には石油系）を噴射することによって、粘度を調整することができる。

【0056】本発明の方法が任意の公知のエラストマーに使用し得ると考えられる。本発明の方法を用いるジェンエラストマーの処理が殊に有利である。

【0057】本方法で混合することのできるエラストマー系コンパウンドの例には、天然ゴム、ポリイソブレン、ブチルゴムおよびハロブチルゴム、ポリクロロブレン、EPDM、スチレン・ブタジエンゴムおよびポリブタジエンゴム、公知の同様なゴム、ならびにそれらの混合物および化学変化物が含まれる。

【0058】本発明の方法を用いれば、1つの連続混合工程を用いてエラストマーを混合できること、また従来技術の多段階混合によって得られるよりもかなりよい分散が得られること、が判明した。分散がよければ、よいほど均一な生産ができるはずである。本方法は、現用の多段階バッチ型工程よりも著しくよい結果がより安価で得られると同時に、労力は少なく、材料扱い量も少ない。貯蔵し、入庫しなければならない中間製品を調製する必要なしに、製品ストックを調製することができる。作業者が埃やガスに曝されることも、従来の内部ミキサーに比べて少ない。また予備的結果によれば、本発明によって作られたエラストマー系コンパウンドは、従来の内部バッチ混合工程によって調製された同じ処方比べて、分散およびキュアが優れていることを示唆する。

【0059】次の例を参照しつつ、本発明をさらに説明する。

#### 【0060】例1

本例は2連スクリュ押出機内の特定のスクリュ輪郭配置およびエラストマー合成物を混合するための押出機の用法を説明する。

【0061】呼称長さ直径比33の44mm2連スクリュ押出機が使用された。スクリュ軸の全長は1380mmであった。押出機は定格30kWの交流可変速電動機によって駆動された。電動機から歯車箱駆動部に動力を伝達するのに、Vベルト駆動装置が使用された。歯車箱からの2本の出力軸が押出機に結合される。

【0062】押出機は、共転、完全噛合い、自動ふきとり型であった。押出機温度は、電熱素子および冷却水循環システムによって制御される。冷却水の温度は、温度制御ユニットを用いて一定レベルに維持された。スクリュ要素は以下のように組立てられた。

#### 【0063】

##### 【表2】スクリュ要素の形態—L

|    |   |      |
|----|---|------|
| 1  | D | 10   |
| 1  | E | 40   |
| 50 | 5 | H 40 |

13

1 S 1.75  
 1 K 50-L22.5  
 1 S 1.75  
 1 H 40 二重  
 1 S 1.75  
 1 K 50-L22.5  
 3 G 30  
 1 H 40 二重  
 1 S 1.75  
 1 K 50-L45  
 1 S 1.75  
 1 H 60 二重  
 1 S 1.75  
 1 H 60 二重  
 1 S 1.75  
 1 K 50-L45  
 1 S 1.75  
 4 H 40  
 1 S 1.75  
 1 K 50-L45  
 1 S 1.75  
 1 H 40 二重  
 2 G 30  
 1 H 40 二重  
 1 S 1.75  
 1 K 50-L45  
 1 S 1.75  
 4 H 40  
 1 S 1.75

14

\* 1 K 50-L22.5  
 1 S 1.75  
 1 G 30  
 7 (K9+S1.75) L22.5  
 1 S 1.75  
 1 H 40

天然ゴムとSBR（スチレン・ブタジエンゴム）の粒化混合物がカーボンブラックおよび酸化亜鉛とともに押出機の送りホッパー内へ添加される。混合中に、油、ワックスおよび酸化防止剤が連続的にパレルセグメント1内に噴射される。ゴム混合物は20lb/時（9.1kg/時）の割合で送りホッパーを通して添加され、カーボンブラックおよび酸化亜鉛は9.3lb/時（4.2kg/時）の割合で添加される。油とワックスは組合わせて2.77lb/時（1.26kg/時）の割合で添加される。

【0064】押出機は70rpm（総入力32lb/時（14.5kg/時））で運転され、消費電力は3.8kWであった。

20 【0065】押出材温度は約320°F（160℃）であった。

【0066】押出製品は、バンベリー型パッチミキサーで混合された標準コンパウンドと比較された。押出材と標準試料はさらに、同一条件の下でシリカ、硬化剤および促進剤と混合された。硬化された試料は下記の特徴を有した。

【0067】

【表3】

\*

| 特性             | 標準   | 押出材1  |
|----------------|------|-------|
| ムーニー粘度         | 107  | 109   |
| はねかえり(%)       | 41   | 45.7  |
| ショアA硬度         | 66.1 | 64.1  |
| 伸び(切断時)        | 486  | 504   |
| 300%モジュラス(MPa) | 11.3 | 10.98 |

このデータは、従来のバンベリー型ミキサーによって得られるコンパウンドに似た特性をもつコンパウンドを製造するのに、2連スクリー押出機を使用することの可能性を示す。

【0068】例2

例1が、4.1lb/時（1.86kg/時）の割合で下流のパレルセグメント3にシリカを添加して、繰り返

えされた。押出機の手速度は70rpmに維持された。消費電力は4.7kWで、押出材の温度は350°F（176.7℃）であった。押出材に硬化剤を混合し、例1に述べたように、標準と比較された。

【0069】

【表4】

| 特性              | 標準    | 押出材2 |
|-----------------|-------|------|
| ムーニー粘度          | 107   | 107  |
| はねかえり (%)       | 41    | 41.8 |
| ショア A硬度         | 66.1  | 69.2 |
| 伸び (切断時)        | 486   | 444  |
| 300%モジュラス (MPa) | 11.38 | 13.1 |

このデータは、伸びの減少とモジュラスの増加によって  
判るように、分配性、分散性混合による工程変形によっ  
てコンパウンドの特性を制御し得ることを説明する。

【0070】例3

セグメント3の代りに、送りホッパーにシリカが添加さ  
れた以外は、例2の操作が繰り返され、スクリュース要  
素は下記のように配置された。

【0071】

【表5】スクリュース形態-M

1 D 10  
1 E 40  
5 H 40  
1 S 1.75  
1 K 50 L22.5  
1 S 1.75  
1 G 30  
1 H 30 二重  
1 S 1.75  
1 K 50 L22.5  
1 S 1.75  
2 H 40  
1 G 30  
1 S 1.75  
1 K 50 L22.5

10 \* 1 S 1.75  
1 H 40  
1 S 1.75  
2 G 30  
1 S 1.75  
1 H 60 二重  
1 S 1.75  
1 K 50 L45  
1 S 1.75  
1 H 60 二重  
20 1 S 1.75  
4 H 40  
2 G 30  
1 S 1.75  
1 K 50 L45  
2 G 10  
2 H 40 二重

下流のバレルセグメント3内へ硬化剤と促進剤が添加さ  
れた。押出機速度は65rpm、消費電力は4.1kW、そして押出材温度は225°F (107.2℃)で  
あった。射出材(3)が例1に述べたように調製された  
標準材と比較された。

【0072】

【表6】

| 特性              | 標準    | 押出材3 |
|-----------------|-------|------|
| ムーニー粘度          | 107   | 98   |
| はねかえり (%)       | 41    | 43.5 |
| 硬度              | 66.1  | 66.4 |
| 伸び (切断時)        | 486   | 515  |
| 300%モジュラス (MPa) | 11.36 | 10.5 |

このデータは、射出機を通るただ1回のパスで、硬化剤  
を含む製品コンパウンドを混合することの可能性を示  
す。

【0073】例4

本例はマスターバッチ処方を調製するための2連スクリ  
ュー射出機の使用を説明する。40mm押出機は例1  
(形態L)に述べたように設定された。油で増量した乳  
化SBRおよびPBD (ポリブタジエン) ゴムの3.2

50 対1の混合材が10.72lb/時 (4.87kg/時)の率で送りホッパーに添加された。カーボンブラッ  
クが6.371lb/時 (2.90kg/時)の率で送り  
ホッパーに添加された。高芳香族油がワックスおよび酸  
化防止剤とともに、2.911lb/時 (1.32kg/時)の割合で、バレルセグメント1において押出材に送  
られた。押出機は総入力201lb/時 (9.1kg/時)で、70rpmで運転された。消費電力は2.5k

Wであった。360°F (182.2℃) の押出材が生産された。

【0074】押出材が従来のパンベリーミキサー（例1と同様）で、硬化剤および促進剤と混合された。パン\*

\*ベリー パッチミキサーを用いて、標準として同様のマスターパッチ合成材が調製された。

【0075】

【表7】

| 特性        | 標準   | 押出材4 |
|-----------|------|------|
| ムーニー粘度    | 68   | 64.7 |
| はねかえり (%) | 23.8 | 26.1 |
| 硬度        | 61.9 | 61.5 |

#### 例5

本例は2連スクリー押出機を用いて、製品エラストマー系コンパウンドを連続混合する代替方法を説明する。

40mm2連スクリー押出機が下記のスクリー形態Pをもって設定された。

【0076】

【表8】形態P

1 D 10  
1 E 40  
5 H 40  
1 S 1.75  
1 K 50 L22.5  
1 S 1.75  
1 G 30  
2 H 40  
1 H 30  
1 G 30  
1 S 1.75  
1 K 50 L22.5  
1 S 1.75  
1 H 40 二重  
1 G 30  
3 H 40  
1 S 1.75  
1 H 30 二重  
1 S 1.75  
1 K 50 L45  
1 S 1.75  
1 H 60 二重  
1 G 30  
1 H 60 二重  
1 G 30  
5 H 40  
1 S 1.75  
1 K 50 L45  
1 S 1.75  
1 H 60 二重  
1 G 30  
1 G 10

1 S 1.75

1 H 60

2 S 1.75

1 H 40

射出機は、65rpm、総送り率35lb/時（15.9kg/時）で運転された。消費電力は3.2kWであった。油で増量された粒化SBRが12.7lb/時（5.8kg/時）の率で送りホッパーに送られた。カーボンブラックおよび酸化亜鉛の混合物も10.1lb/時（4.6kg/時）の率で、送りホッパーに添加された。硫黄、促進剤およびカーボンブラックの混合物が1.6lb/時（0.73kg/時）の率で送りホッパーに添加された。油とワックスが10.6lb/時（4.8kg/時）の割合で、押出機のパレルセグメント1内へ圧送された。

【0077】製品はねばっこくて、処理後のミキサーから落下することができないから、このような材料の混合物は従来パンベリー型ミキサーを用いては、商業生産ができない。したがって本発明の方法は、従来のミキサーで生産することのできない新しい処方を生産するのに使用することができることが判る。

【0078】例6

本例は2連スクリー押出機混合工程の大型化を説明する。スクリー形態AP-2を用いて、57mm押出機で、例5の合成材が調製された。

【0079】

【表9】形態AP-2

3 H 80 二重  
40 1 K 60 R  
1 H 80  
1 G 45  
2 H 80  
1 G 45  
1 K 60 R  
2 H 80  
1 G 45  
2 H 80  
1 K 60 R  
50 1 H 60

1 G 45  
1 H 80  
1 G 65  
2 H 80  
1 G 45  
3 H 60  
2 H 30

押出機の物理的寸法が表10に与えられる。押出機は1  
75rpmで運転されたとき、全体率140lb/時  
(63.6kg/時)の生産高であった。消費電力は\*10

\*9.7kWであった。

【0080】表11は40mm押出機のデータを57mm  
押出機のデータと比較する。57mm押出機の消費エ  
ネルギーは有利であり、40mm押出機の消費エネルギ  
ー0.094kW時/lb(0.21kW時/kg)に  
対して、0.069kW時/lb(0.152kW時/  
kg)である。

【0081】

【表10】

押出機の物理的寸法

|         |                    |          |
|---------|--------------------|----------|
| 呼称サイズ   | 40                 | 57       |
| スクリー直径  | 43mm               | 57mm     |
| 長さ/直径比  | 33                 | 30       |
| チャンネル深さ | 6mm                | 9.5mm    |
| 最小ダイ開口部 | 2×12mm直径           | 12×100mm |
| ダイc/s面積 | 226mm <sup>2</sup> | 1,200mm  |
| 冷却      | 外側ジャケット            | コア入りバレル  |

【0082】

※ ※【表11】

大型生産

|                |       |       |
|----------------|-------|-------|
| 押出材サイズ         | 40    | 57    |
| コンバウンド         | EX5   | EX6   |
| 輪郭             | P     | AP-2  |
| ムーニー粘度         |       |       |
| ML(1+4)100℃    | 32    | 28    |
| 率(lb/時)        | 35    | 140   |
| 速度(r.p.m.)     | 65    | 175   |
| 剪断率(/s)        | 24    | 55    |
| T型押出材(F)       | 234   | 235   |
| 電力(kW)         | 3.3   | 9.7   |
| 比エネルギー(kWh/lb) | 0.094 | 0.069 |

#### 例7

本例は、連続2連スクリー押出機を用いてコンバウン  
ドを混合して得られる均質性向上を示す。2連スクリー  
押出機を用いて混合された代表的処方従来ミキサー★

★一で得られた値と比較された。レオメータ(Rheometer)  
のデータと標準偏差が得られた。

【0083】

【表12】

製品均質性

| 混合方法                    | 試料数     | キュア特性最大のトルクの標準偏差 |
|-------------------------|---------|------------------|
| 40mm2連スクリー<br>バンベリーミキサー | 5<br>89 | 0.77<br>1.79     |

本表は、2連スクリー押出機が従来のバンベリー型ミ  
キサーよりも均質な製品を産出することを示す。

【0084】本発明の特定の実施例を図示し説明したけ  
れども、本発明の精神から逸脱することなく、本発明を

様々に変形し、実施することができることを当業者は認  
識するであろう。本発明は特許請求の範囲によってのみ  
制限される。

50 【図面の簡単な説明】

【図1】従来技術の2連スクリーウ押出機の斜視図である。

【図2】従来技術の、2連スクリーウ押出機の輸送要素の側面図である。

【図3】(a)は、従来技術の分配性混合ギヤの端面図、(b)は、(a)の側面図である。

【図4】従来技術の高剪断分散性混合練り機の側面図である。

【図5】(a)は、従来技術の2連スクリーウ押出機のプリスター要素（流れ制限器）の端面図、(b)は、(a)の側面図である。

【図6】本発明のエラストマー系コンパウンド連続混合

方法に用いられる装置の説明図である。

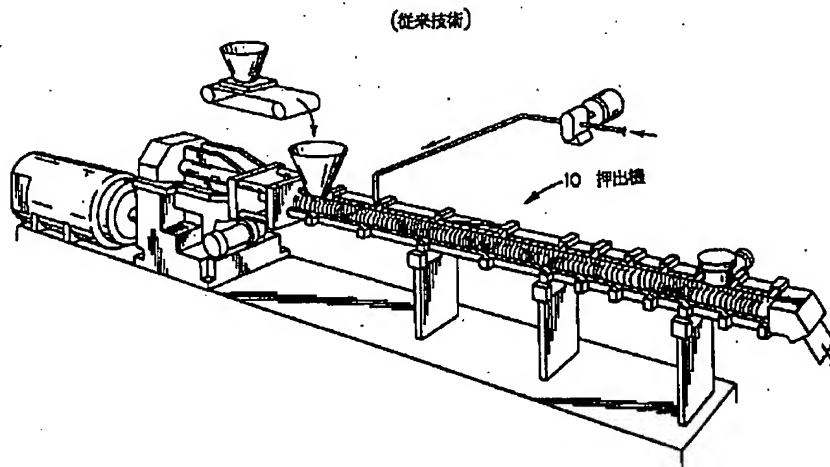
【図7】本発明のエラストマー系コンパウンドの特性制御方法にコンピュータ制御装置を用いる混合システムの説明図である。

【図8】2連スクリーウ押出機の注文製作のスクリーウ輪郭である。

【符号の説明】

- |            |          |
|------------|----------|
| 10         | 押出機      |
| 20         | 装置       |
| 22, 24, 26 | 重量減少フィーダ |
| 28, 30     | 液体フィーダ   |
| 40         | スクリーウ輪郭  |

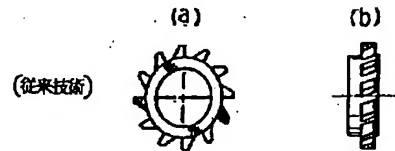
【図1】



【図2】



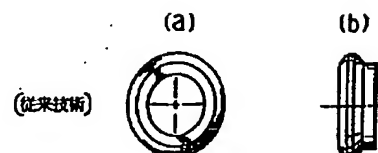
【図3】



【図4】

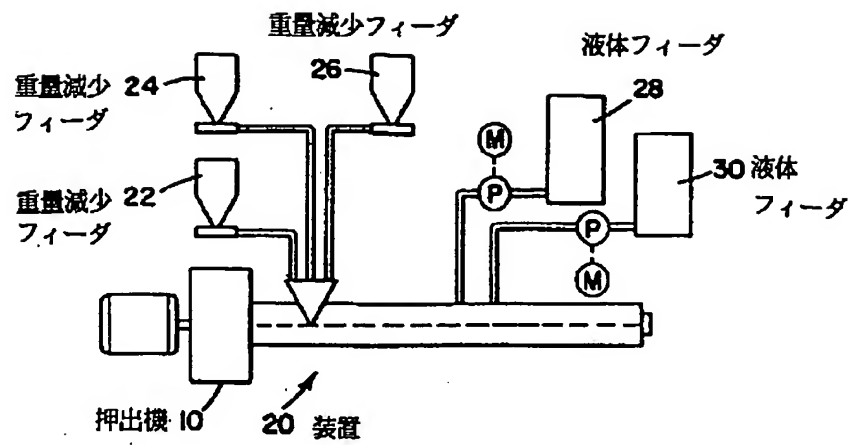


【図5】

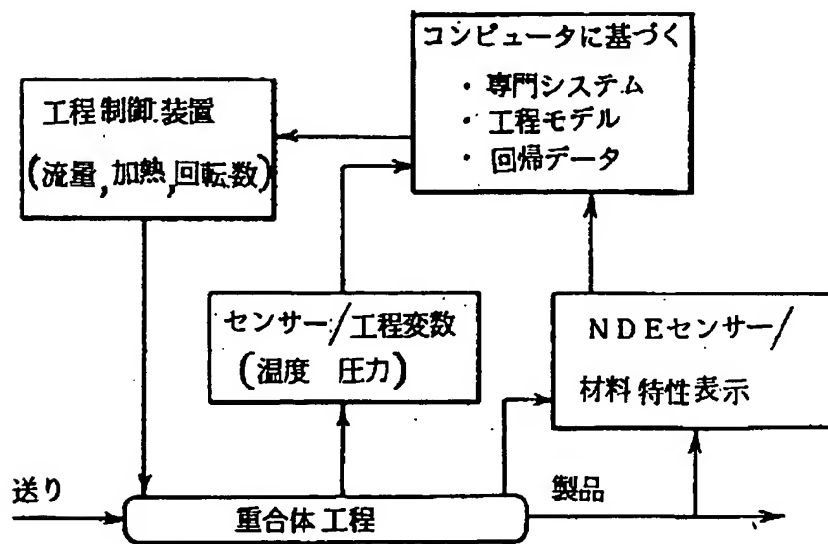




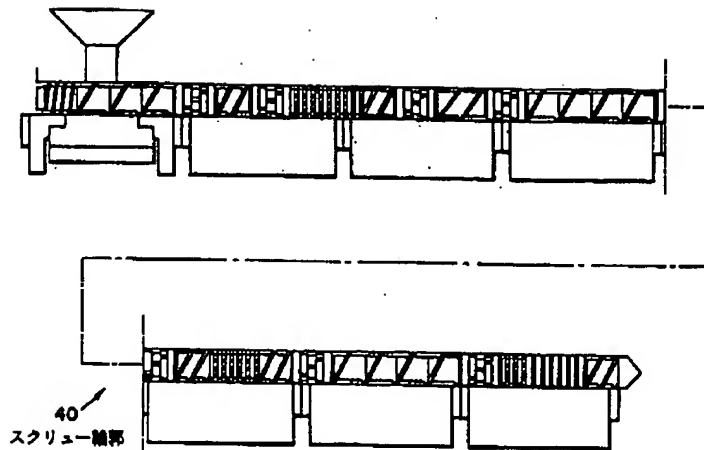
【図6】



【図7】



【図8】



フロントページの続き

(72)発明者 コレン マリ ランスィンガー  
アメリカ合衆国 44319 オハイオ州 ア  
クロン ドーウィル ドライヴ 322

(72)発明者 ヴェトカブ ラヤゴバラン パラメスワラ  
ン  
アメリカ合衆国 44121 オハイオ州 ユ  
ニヴァーシテイ ハイッ エービーティ  
ー、ビー103 シーダ ロード 14342

(72)発明者 ゴードン リチャード ショール  
アメリカ合衆国 44685 オハイオ州 ユ  
ニオンタウン ユーマ サークル 12190